



## EuroAsian Patent Information System

Data Base: **EAPO (1996-2007, patents only)**

User Name: **enguest**

EA  
007520

☐ Esp@cenet

☐ Delphion

☒ Reestr

First Page (PDF, russian)  
Description (PDF, russian)

Document number	EA 007520B1 27.10.2006
Application serial number	EA200300314 18.01.2001
Priority application numbers	DE100 42 476.7 29.08.2000
PCT application number	EP2001/000518
WIPO publication number (PCT)	WO2002/018113 07.03.2002
Document number	[EAB] 7520
Type of the document	EAB1
IPC	B29B 9/10 B01J 2/04 C08G 63/88 C08J 3/12
Title	[EN] METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING SPHERICAL PARTICLES FROM A POLYMER MELT
Applicant	[CH] BUEHLER AG
Inventor	[DE] GEIER, Rudolf [DE] JURGENS, Theodor
Assignee	[CH] BUEHLER AG
CD-ROM	[pdf] EAB20605

**Abstract / Claim**

The invention relates to a method and a device for the production of spherical particles, whereby a molten prepolymer or precondensate is transformed into droplets by means of a drip nozzle, the droplets are subjected to a countercurrent with a gas in a precipitation column until at least partial crystallization is achieved and are then subjected to an additional post-crystallization phase. In order to economically produce higher quality particles at a high flow rate, the molten prepolymer is transformed into droplets by means of a vibrating nozzle plate and/or direct vibration of the molten prepolymer or polymer and the resulting droplets are subjected to an air and gas countercurrent.



(19) Евразийское  
патентное  
ведомство

(11) 007520

(13) B1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации  
и выдачи патента: 2006.10.27

(21) Номер заявки: 200300314

(22) Дата подачи: 2001.01.18

(51) Int. Cl. *B29B 9/10* (2006.01)  
*B01J 2/04* (2006.01)  
*C08G 63/88* (2006.01)  
*C08J 3/12* (2006.01)

(54) СПОСОБ И УСТАНОВКА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ СФЕРИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ ИЗ РАСПЛАВА ПОЛИМЕРА

(31) 100 42 476.7

(32) 2000.08.29

(33) DE

(43) 2003.08.28

(86) PCT/EP2001/000518

(87) WO 2002/018113 2002.03.07

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
БЮЛЕР АГ (CH)

(56) DE-A-19849485

DE-A-19801832

EP-A-0880995

US-A-5766521

US-A-2714224

US-A-3544525

GB-A-1251093

(72) Изобретатель:  
Гайер Рудольф, Юргенс Теодор (DE)

(74) Представитель:  
Ятрова Л.И., Силаева А.А. (RU)

007520

B1

(57) Изобретение относится к способу и устройству для получения сферических частиц, при этом из расплавленного форполимера или предварительного конденсата формируются с помощью разбрызгивающего сопла капли, на которые в осадительной колонке воздействуют в противотоке газа с целью достижения, по меньшей мере, частичной кристаллизации, и которые затем подаются в секцию повторной кристаллизации. Для получения частиц высокого качества при большой производительности и низких затратах предлагается формировать капли из расплавленного форполимера с помощью приведенной в колебания сопловой пластины и/или путем возбуждения колебаний непосредственного расплавленного форполимера или полимера и воздействовать воздухом в качестве газа в противотоке на сформированные при этом капли.

B1

007520

Изобретение относится к способу получения сферических частиц из расплава полимера или форполимера, в частности, из полифункциональных карбоновых кислот и спиртов, таких как частицы из полиэтилентерефталата или полибутилентерефталата, при этом из расплава полимера с помощью разбрызгивающего сопла формируют капли, в осадительной колонке на эти капли воздействуют противотоком газом для их, по меньшей мере, частичной кристаллизации, и предпочтительно после этого они подаются в секцию дополнительной конденсации. Кроме того, изобретение касается установки для получения сферических частиц из полимера или форполимера, в частности, из полифункциональных карбоновых кислот и спиртов, таких как полиэтилентерефталат или полибутилентерефталат, содержащей по меньшей мере одно сопловое устройство для формирования капель из жидкого полимера или форполимера, установленное за этим устройством осадительную колонку, которая располагается в газовом контуре посредством по меньшей мере одного выполненного на стороне днища отверстия для выпуска газа и посредством по меньшей мере одного выполненного на стороне соплового устройства отверстия для выпуска газа, расположенное за осадительной колонкой транспортирующее устройство для подвергшихся в осадительной колонке, по меньшей мере, предварительной кристаллизации частиц, а также расположенную за транспортирующим устройством секцию кристаллизации.

Известно, что для получения гранулята из полиэтилентерефталата в разреженный реактор подаются предварительный конденсат, полученный после этерификации или переэтерификации и предварительной поликонденсации этиленгликоля или бутандиола в процессе получения полибутилентерефталата, а также терефталевая кислота. В результате этого требуется, с одной стороны, повысить вязкость избыточно жидкого полимера с короткой цепью и, с другой стороны, снова обеспечить этерификацию или переэтерификацию выделяющегося этиленгликоля или бутандиола. После обработки в реакторе поликонденсат охлаждают в воде и затем режут на крошку для получения цилиндрических гранул, являющихся в значительной степени аморфными. При этом недостатком является то, что на концах образуются заусенцы, которые отламываются и таким образом могут вызывать пылеобразование. Кроме того недостатком известного способа является то, что после гранулирования гранулы сохраняются в значительной степени аморфными, что делает необходимым проведение частичной кристаллизации в дополнительно подключенной, отдельно обрабатывающей секции. Кроме того негативным фактором являются затраты на оборудование и энергию, так как требуются специальные обрабатывающие секции, такие, как разреженная реакторная секция и секция частичной кристаллизации.

Для устранения указанных недостатков в DE 19849485 A1 предлагается подавать жидкий предварительный конденсат в осадительную колонку с расположенным в ее головной части соплом для распределения капель, причем выходящий из сопла для распределения капель предварительный конденсат подвергается в осадительной колонке воздействию инертного газа, такого как азот, в противотоке. В результате замедляется скорость падения капель при одновременном ускорении их кристаллизации. Образующиеся на днище осадительной колонки частицы в виде сухих и частично кристаллизованных гранул могут затем подаваться на дополнительную конденсацию или SSP.

Для получения пластмассовых шариков с равномерной геометрией в DE 4338212 C2 предложено формировать капли из пластмассы с жидкой консистенцией путем возбуждения колебаний соплового устройства, полученные при этом капли охлаждают в жидкости.

В основу настоящего изобретения положена задача дальнейшего усовершенствования способа и установки указанного выше типа таким образом, чтобы в промышленном масштабе можно было получать состоящие из полимеров шарики требуемого размера и с равномерной геометрией. Одновременно производство частиц должно быть энергетически более оптимальным, в отношении оборудования более простым и следовательно более дешевым. Кроме того должна быть обеспечена возможность более быстрого расплавления шариков.

Согласно изобретению указанная задача решается с помощью способа указанного выше типа в основном за счет того, что из расплава форполимера или полимера посредством приводимой в колебания сопловой пластины и/или путем возбуждения колебаний самого расплава форполимера или полимера формируются капли, на которые в противотоке воздействуют воздухом в качестве газа, причем воздух при некоторой температуре подается в осадительную колонку таким образом, что воздух нагревается в результате теплоперевода от капель до максимальной температуры  $T_1 \leq 160^\circ\text{C}$ . В частности, воздух подается при температуре  $T_2 \leq 150^\circ\text{C}$ , предпочтительно при  $T_2 \leq 110^\circ\text{C}$ .

Для получения шариков из полибутилентерефталата максимальный нагрев воздуха должен происходить до температуры  $T_1 \leq 140^\circ\text{C}$ . При этом температура подаваемого воздуха составляет  $T_2 \leq 130^\circ\text{C}$ , в частности  $T_2 \leq 80^\circ\text{C}$ . Однако предпочтительно подавать в осадительную колонку воздух с температурой  $T_1$ , которая превышает температуру стеклования используемого для формирования капель полимера.

Кроме того подачу воздуха в нижней части осадительной колонки, в частности, в ее донной части, производят таким образом, чтобы капли в этой нижней части обдувались с более высокой скоростью, чем в верхней части.

Независимо от этого температура воздуха на входе должна задаваться такой, чтобы, во-первых, исключались окислительные повреждения используемого для формирования капель полимера и, во-

вторых, обеспечивалось достаточное затвердевание или предварительная кристаллизация.

Для того, чтобы поступающий в осадительную колонку воздух мог в необходимом объеме насыщаться реакционными веществами, такими как этиленгликоль или бутандиол или вода, воздух на входе в осадительную колонку должен иметь более низкую точку росы, лежащую предпочтительно в диапазоне от -10 до -40°C.

Для отделения и повторного использования продуктов реакции, растворенных в протекающем через осадительную колонку воздухе, в подварианте осуществления изобретения предусмотрено, чтобы протекающий через контур воздух отбирался в количестве около 10-30% и подавался в разбрызгивающий контур, в котором удаляются продукты реакции. В частности, предусмотрено разбрызгивать свежий и холодный этиленгликоль или бутандиол в контуре очистки, в результате чего из воздушного контура могут выделяться конденсацией реакционные вещества, такие как этиленгликоль или бутандиол, олигомеры и вода, диффундировавшие в сухой воздух, и использоваться в качестве ценного сырья, как, например этиленгликоля или бутандиола, при этерификации с применением терефталевой кислоты (ТРА) или при переэтерификации с применением диметилтерефталата (DMT). Очищенный таким образом воздух имеет низкую точку росы и может быть снова подан в контур осадительной колонки.

Для удаления ацетальдегида или тетрагидрофорана (THF) при получении полибутантерефталата, которые не могут быть удалены из соответствующего контура разбрызгивания этиленгликоля или бутандиола, воздух с содержанием ацетальдегида примешивается к всасываемому воздуху для тепловой устанавки, например, печи, и таким образом сжигается. Сжигаемое количество воздуха постоянно возмещается, в частности, одинаковым количеством воздуха. В результате снижается расход топлива, такого, как мазут или жидкое топливо.

Наряду с контуром очистки может применяться и расположенная за ним секция предварительной кристаллизации, являющаяся особо важной при обработке сомономеров и работающей также на сухом воздухе.

В результате того, что при формировании капель применяется расплав не вытягивающего нити полимера или предварительный конденсат с использованием приводимой в колебания сопловой пластины, обеспечивается получение равномерных капель одинакового размера и одинаковой формы. Последние проходят при своем падении через зону осадительной колонки, в которой преобладает в основном ламинарный поток. Таким образом может достигаться достаточное наружное затвердевание капель, в результате которого сводится к минимуму риск столкновения и, следовательно, склеивания капель между собой.

Вместо возбуждения колебаний сопловой пластины или дополнительно к нему можно приводить в колебания и расплав форполимера или полимера с помощью, например, вибродатчика и формировать капли.

Кроме того предусмотрено, чтобы сечение, в частности, диаметр осадительной колонки значительно превышал размер сопловой пластины, в частности, круговой поверхности, на котором расположены выходные отверстия для формирования капель из расплава форполимера или полимера. Кроме того внутренняя стенка осадительной колонки должна быть выполнена из материала или иметь покрытие из материала, который исключал бы налипание капель. Пригодным для этого материалом является тефлон®.

Для дополнительного увеличения времени нахождения капель с приданной им сферической формой в осадительной колонке с помощью ее внутренних частей обеспечивается повышение скорости воздуха. Внутренние части изменяют поперечное сечение осадительной колонки и, следовательно, соответственно изменяют скорость воздушного потока.

Со стороны днища осадительной колонки частицы поступают через наклонное устройство со сквозными отверстиями в разделительное устройство, такое как сепаратор для негабаритных частиц, в котором отсортировываются возможные агломераты и отводятся в исходный расплав или в его полуфабрикаты. Ввиду того, что агломерированная частица обладает пока низкой вязкостью, становится возможным ее быстрое и качественное разделение в секции предварительной конденсации.

В отношении наклонного устройства, обеспечивающего подвод к сепаратору для негабаритных частиц, которое может быть выполнено в виде сита или перфорированного листа или воздушного сепаратора и пр., необходимо отметить, что в нем протекает сухой воздух, при этом скорость воздушного потока выбирается такой, чтобы частицы витали и колебались над этим устройством или его отверстиями. В результате этого предупреждается склеивание частиц. Дополнительно увеличивают время выдержки, в течение которого на частицы воздействует воздух.

После сепаратора для негабаритных частиц частицы могут подаваться в кристаллизатор, в котором также предусмотрено применение циркулирующего сухого воздуха. Содержащиеся в воздухе реакционные вещества могут затем отделяться описанным выше способом в разбрызгивающем контуре, а неотделяемые вещества могут подаваться в теплоноситель.

Установка для получения сферических частиц из расплава полимера, в частности, из полифункциональных карбоновых кислот и спиртов, таких, как частицы из полиэтилентерефталата или полибутилентерефталата указанного выше типа, отличается тем, что сопловое устройство содержит приводимую в

колебания сопловую пластину или сопловую пластину с непосредственно воздействующим на расплав вибродатчиком с соплами, расположенными на круговой поверхности с радиусом  $D_a$ , и что осадительная колонка расположена в воздушнонаправляющем контуре с диаметром  $D_b$ , который по меньшей мере в 2 раза превышает диаметр  $D_a$ . В частности, диаметры эффективной площади сопловой пластины относятся к осадительной колонке как от 1 : 2 до 1 : 10, в частности, как около 1 : 5,5. Кроме того осадительная колонка по внутренней стенке футерована противадгезионным материалом или состоит из него. В частности, таким материалом является тефлон®.

Для того, чтобы можно было конструктивно простыми средствами регулировать скорость потока воздуха, проходящего через осадительную колонку противоточно к направлению осаждения капель, предусмотрен вариант выполнения изобретения, в котором осадительная колонка содержит в зоне отверстия для выпуска воздуха внутренние части, изменяющие поперечное сечение осадительной колонки. В этом случае речь может идти, например, об усеченных конусах или пирамидах, которые снаружи имеют покрытие из тефлона или другого соответствующего, противадгезионного материала.

Само отверстие для выпуска воздуха расположено на расстоянии от сопловой пластины таким образом, что сформированные сопловой пластиной частицы сразу после выхода из сопловой пластины подвергаются воздействию в основном ламинарного потока воздуха.

В донной части осадительной колонки находится наклонно установленное устройство со сквозным отверстием, такое как сито или перфорированный лист, которое обтекается сухим воздухом таким образом, что частицы совершают витавые и/или колебательные движения вдоль устройства, по меньшей мере, в зоне отверстий. Само устройство со сквозным отверстием связано с сепаратором для негабаритных частиц, за которым располагается контур кристаллизации.

Агломераты частиц, отделенные сепаратором для негабаритных частиц, могут быть снова введены в процесс через трубопровод, подведенный к расположенной перед сопловой пластиной секции предварительной конденсации.

Кроме того устройство содержит секцию очистки с разбрызгивающим контуром, связанным с первым, включающим в себя осадительную колонку воздушным контуром и вторым, включающим в себя секцию кристаллизации воздушным контуром. Кроме того предусмотрены связи секции очистки, с одной стороны, с расположенной перед секцией предварительной конденсации секцией этерификации или перэтерификации и, с другой стороны, со сжигательной установкой.

Другие подробности, преимущества и признаки изобретения приводятся как в формуле изобретения, в которой эти признаки указаны отдельно и/или в комбинации, так и в приводимом ниже описании представленного на чертеже предпочтительного примера осуществления.

Даже если техническое решение согласно изобретению предназначено для формирования капель из сложного полиэфира, то этим не ограничивается техническое решение согласно изобретению. Предпочтительные материалы могут быть заимствованы из US 5633018, где они раскрыты в достаточной степени.

В частности, техническое решение применимо также для получения

- полиэтилентерефталата посредством этерификации этиленгликоля и очищенной терефталевой кислоты;
- полиэтилентерефталата посредством перэтерификации этиленгликоля и диметилтерефталата;
- полибутилентерефталата посредством этерификации бутандиола и очищенной терефталевой кислоты;
- полибутилентерефталата посредством перэтерификации бутандиола и диметилтерефталата.

Кроме того присутствует возможность введения в исходный продукт катализатора в виде соединения на основе оксида титана с целью повышения скорости поликонденсации без учета того, что полученные частицы могут иметь нежелательную желтую окраску. Причиной этого является то, что процесс получения согласно изобретению протекает по сравнению с уровнем техники при относительно низких температурах.

На чертеже приведена принципиальная схема установки для получения сферических частиц из полимера, в частности, из полифункциональных карбоновых кислот и спиртов, а именно для получения сферических частиц из полиэтилентерефталата. Для получения сферических частиц из секции 10 для приготовления пасты, секции 12 для этерификации терефталевой кислоты и этиленгликоля и связанной с ними разреженной секции 14 для предварительной поликонденсации подается через теплообменник 15 предварительный конденсат сложного полиэфира с температурой от около 260 до 280°C и беспримесной вязкостью от 0,1 до 0,4 на фильтр 16 сопловой пластины 18, через которую производится формирование капель из хорошо отфильтрованного предварительного конденсата. После приготовления частиц из полибутилентерефталата конденсат сложного полиэфира имеет температуру от 210 до 240°C и беспримесную вязкость от 0,3 до 0,6.

Сопловая пластина 18 способна приводиться в колебания, она содержит, в частности, расположенные на концентрических кругах выпускные отверстия диаметром  $D_a$ , составляющим, например, 300 мм. Сопловая пластина 18 с отверстиями или соплами может быть установлена в держателе с возможностью пруженения, при этом сама сопловая пластина связана с вибратором. Вибратор, которым является электромагнитный вибратор, установлен на несущей конструкции для приведения сопловой пластины в ко-

лебания. Частоты, с которыми способна колебаться сопловая пластина, составляют от 200 до 2000 Гц. Диаметры отверстий или сопел должны составлять от 0,2 до 0,8 мм. Кроме того, к сопловой пластине необходимо подвести предварительный конденсат сложного полиэфира при избыточном давлении, составляющим, например, 0,2-1,0 бар. Также обеспечивается равномерный обогрев сопловой пластины 18, при этом выбирается температура, в частности, от 220 до 250°C, для полибутантерефталата - от 190 до 220°C.

Дополнительно или в качестве альтернативы при формировании капель из расплава последний может приводиться в колебания посредством вибродатчика.

В результате того, что сопловая пластина 18 приводится в колебания, обеспечивается регулярное формирование капель из расплавленного форполимера с получением частиц одинакового размера и одинаковой формы в осадительной колонке, которая уподоблена гранулирующей колонке. Высота осадительной колонки 20 может составлять от 10 до 30 м, в частности, 20 м. Технически возможны, разумеется, колонки высотой более 30 м. При диаметре  $D_d$  рабочей поверхности сопловой пластины 18, составляющем около 300 мм, диаметр осадительной колонки 20 должен составлять 1600 мм. Кроме того внутренняя стенка осадительной колонки 20 футерована противадгезионным материалом, таким как, в частности, тефлон®, или выполнена из материала, который препятствует прилипанию капель, отделяющихся от сопловой пластины 18.

За счет возбуждения колебаний сопловой пластины 18 или непосредственно расплава и равномерного распределения сопел по круговой поверхности обеспечивается падение капель без столкновения между собой по всему участку в осадительную камеру 20, на котором происходит затвердевание поверхности капель в таком объеме, что предупреждается спекание капель. Одновременно за счет когезионных сил достигается сферическая форма частиц.

Кроме того для предупреждения столкновений предусмотрено, чтобы капли в осадительной колонке 20 сразу после отделения от сопловой пластины 18 попадали в основном в ламинарную часть воздушного потока, совершающего движение встречно направлению падения капель. Этот воздушный противоток используется для дополнительного затвердевания шариков и для их предварительной кристаллизации, при этом скорость обдувания падающих вниз или витающих частиц задается в зависимости от их диаметра.

Для создания противотока в донной части осадительной колонки 20 предусмотрены отверстия 22, 24 для впуска воздуха и на расстоянии от сопловой пластины 18 отверстие 27 для выпуска воздуха.

Кроме того в донной части осадительной колонки 20 располагаются изменяющие поперечное сечение внутренние части 26, например, с конусной геометрией или с геометрией усеченного конуса, благодаря чему скорость потока в донной части осадительной колонки 20 выше, чем в ее головной части, следствием чего является увеличение времени нахождения достигших донную часть, предварительно кристаллизованных или предварительно затвердевших капель. Благодаря внутренним частям 26 скорость потока в донной части можно задавать равной от 3 до 7 м/с. Сами внутренние части 26 должны быть выполнены, по меньшей мере снаружи, из противадгезионного материала, такого как тефлон, или состоять полностью из него.

Кроме того предусмотрено, чтобы втекающий в донную часть через впускные отверстия 22, 24 воздух, направленный противотоком падающим частицам, имел начальную температуру от 80 до 160°C, для полибутилентерефталата 120°C, при этом температура воздуха на входе должна превышать температуру стеклования предварительного конденсата (около 70 - 80°C для полиэтилентерефталата и 35 - 50°C для полибутилентерефталата). Однако не следует превышать температурный показатель 160°C для полиэтилентерефталата и 120°C для полибутилентерефталата в целях предупреждения окислительного повреждения частиц, при этом, однако, одновременно необходимо обеспечить достаточную степень затвердевания или предварительной кристаллизации. Также для насыщения этиленгликолем, водой и пр. впускаемый воздух на входе в осадительную колонку 20 должен иметь низкую точку росы, составляющую предпочтительно от -10 до -40°C.

В донной части осадительной колонки 20 располагается наклонное устройство 30, выполненное, например, в виде сита или перфорированного листа. С пространством между днищем 32 осадительной колонки 20 и наклонного устройства 30 сообщается одно из отверстий для впуска воздуха, в примере осуществления это - отверстие 24 для впуска воздуха. Скорость протекающего через сквозные отверстия 28 сухого воздуха 24 выбирается такой, чтобы поступающие к устройству 30 частицы могли витать или колебаться в зоне сквозных отверстий 28. Благодаря этим мерам дополнительно предупреждается склеивание частиц. Одновременно увеличивается время нахождения частиц внутри омываемой воздухом осадительной колонки 20.

Через наклонное устройство 30, которое служит как бы транспортирующим устройством, частицы или гранулы поступают в сепаратор 34 для негабаритных частиц, которым агломераты отделяются от частиц и снова подаются по трубопроводу 36 в секцию 14 предварительной конденсации. Благодаря сохраняющейся низкой вязкости вероятно образующиеся агломераты без затруднения разделяются в секции 14 предварительной конденсации, и, следовательно, могут быть снова введены в процесс. Из сепаратора 34 для негабаритных частиц или его воронкообразной донной части 36 гранулы подаются в секцию

38 кристаллизации, в которой также применяется сухой воздух. Из секции 38 кристаллизации частицы могут поступать в секцию последующей конденсации SSP, которая используется, в частности, при ее разрежении. Как показано на чертеже, проходящий через осадительную колонку 20 воздух подается по первому контуру 40, при этом для регулировки объемов воздуха перед впускными отверстиями 22, 24 расположены клапаны 42, 44. Кроме того перед управляющими клапанами 42, 44 располагается воздушодувка 46.

Отбираемый через выпускное отверстие 27 воздух насыщен продуктами реакции, такими как этиленгликоль или бутандиол, вода, олигомеры или ацетальдегид и тетрагидрофуран, поступившими из использованного для формирования капель предварительного конденсата или расплавленного форполимера. Для использования продуктов реакции - ввиду их способности к повторному использованию - частичное количество подается в контур 40 по трубопроводу 48 и во второй контур 50, разбрызгивающий контур, содержащий разбрызгивающий конденсатор 52, в котором разбрызгивается свежий и холодный этиленгликоль или бутандиол, подаваемый по трубопроводу 54, с помощью разбрызгивающего устройства 56. Благодаря этой мере из контура 50 выводятся конденсацией реакционные вещества, такие как этиленгликоль, бутандиол, олигомеры, вода и пр., которые могут повторно использоваться в качестве сырья и направляться по трубопроводу 58 в секцию 12 этерификации или перэтерификации. Для ускорения конденсации в контуре 50 предусмотрен теплообменник 60, с помощью которого задается оптимальная температура протекающего в контуре 50 воздуха. Для подачи самой циркулирующей жидкости предусмотрен насос 62.

Доля выпускаемого из первого контура 40 воздуха составляет предпочтительно от 10 до 30%.

Воздух, выпускаемый из разбрызгивающего контура 50 по трубопроводу 64, является очищенным, имеет низкую точку росы и может быть направлен по трубопроводу 66 в контур 40, проходящий через осадительную колонку 20. Благодаря низкой температуре воздуха, выпускаемого из разбрызгивающего контура 50 по трубопроводу 66, и его низкой точке росы обеспечивается регулировка температуры в контуре 50 с доведением ее до температуры, необходимой на входе в донную часть осадительной колонки 20.

Ввиду того, что в осадительной колонке 20 и расположенной за ней секции предварительной кристаллизации 38 образуются незначительные количества ацетальдегида или тетрагидрофурана, которые не могут конденсироваться в разбрызгивающем контуре 50, то через устройство подключения 68 в первый контур 40 подаются незначительные количества воздуха. Одинаковое количество воздуха отбирается через устройство подключения 72 из трубопровода 64, связывающего разбрызгивающий контур 50 с контуром 40 осадительной колонки 20 или с третьим, содержащим секцию 38 предварительной кристаллизации контуром 70, и направляется на сжигание в установку теплоносителя, в результате чего может быть сокращен расход посторонних энергоносителей, таких как мазут или жидкое топливо. Как уже было указано, секция 38 предварительной кристаллизации, которая необходима, в частности, при обработке сомономеров, также содержит контур 70, по которому с помощью воздушодувки 74 подается сухой воздух. Поступающий в контур 70 воздух может быть затем подогрет в необходимом объеме с помощью нагревательного устройства 76. В соответствии с графическим изображением контур 70 сообщен через трубопровод 78 с разбрызгивающим контуром 50 для выделения конденсацией реакционных веществ, которым обогащен циркулирующий воздух, и для их повторного использования в процессе этерификации или перэтерификации.

Количество воздуха с низкой точкой росы, соответствующее количеству отведенного по трубопроводу 78 воздуха, снова подается по трубопроводу 64 в контур 70.

Удаление реакционных веществ из контура 70 представляет собой преимущество единственно по экономическим соображениям, так как благодаря сохраняющейся пока относительно низкой беспримесной вязкости в воздушном контуре 70 все еще находится относительно много этиленгликоля или бутандиола, вследствие чего становится возможным, как упоминалось выше, выделение конденсацией этиленгликоля или бутандиола и их повторный отвод в секцию 12 этерификации или перэтерификации.

В отношении температурных показателей проходящих через осадительную колонку 20 частиц или воздушных контуров необходимо отметить следующее. Частицы выходят из сопловой пластины при температуре около 230°C в процессе получения полиэтилентерефталата и при температуре 190°C в процессе получения полибутантерефталата, и в средней зоне осадительной колонки 20 их температура достигает около 180°C. В сепараторе 34 для негабаритных частиц температура составляет около 160°C в процессе получения полиэтилентерефталата и 130°C в процессе получения полибутантерефталата.

Количество и температура воздуха, поступающего через впускные отверстия 22, 24 в осадительную колонку 20, регулируются в зависимости от производительности. Отводимый через выпускное отверстие 27 воздух имеет температуру около  $\leq 160^\circ\text{C}$  в процессе получения полиэтилентерефталата и  $\leq 130^\circ\text{C}$  в процессе получения полибутантерефталата. Во втором контуре 50 с устройством очистки разбрызгиванием воздух охлаждается до около 20°C и при этой температуре подается как в первый контур 40, так и во второй контур 70.

Воздух, подаваемый через впускное отверстие 24 под наклонно установленное устройство 30, служащее в качестве псевдооживленного слоя, должен иметь температуру, при которой скорость кристал-

лизации получаемых гранул должна быть оптимальной. При получении шариков из полиэтилентерефталата это означает, что температура составляет около  $160^{\circ}\text{C}$ , а при получении гранул из полибутантерефталата -  $\leq 130^{\circ}\text{C}$ . Подаваемый через расположенное над устройством 30 отверстие 22 воздух должен иметь температурные показатели, лежащие ниже приведенных выше показателей, так как при прохождении падающих капель через осадительную колонку 20 в результате теплоперехода происходит нагрев. Для такой оптимизации от трубопровода 64, отходящего от разбрызгивающего контура 50, предусмотрена перемычка 67 с колонкой, по которой очищенный воздух с относительно низкой температурой (около  $20-30^{\circ}\text{C}$ ) подается непосредственно в колонку 20, в результате чего снижается в целом количество протекающего через колонку 20 воздуха. Таким образом в зону псевдооживленного слоя 30 может подаваться воздух с требуемой, относительно высокой температурой, не превышая при этом оптимальной температуры кристаллизации внутри осадительной башни 20, так как через трубопровод 67, как упомянуто, примешивается более холодный воздух.

Благодаря способу согласно изобретению становится возможным получение равномерных сферических гранул с узким классом крупности. При диаметре сопла 0,5 мм, колебании сопловой пластины с частотой 1000-2000 Гц и высоте падения 20 м получают сферические гранулы диаметром 0,8 мм.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения сферических частиц из расплава полимера, таких как гранулы из расплава полиэтилентерефталат, по которому расплавленный форполимер, или предварительный конденсат, или не вытягивающий нити полимер используют для формирования капель посредством разбрызгивающего сопла, после чего на капли воздействуют в осадительной колонке в противотоке газом для обеспечения, по меньшей мере, частичной кристаллизации и затем подают их в дополнительную секцию для повторной кристаллизации, отличающийся тем, что формирование капель осуществляют посредством приводимой в колебания пластины с соплами и/или возбуждения колебаний непосредственно расплавленного форполимера или полимера, и на образовавшиеся при этом капли воздействуют воздухом в противотоке таким образом, что непосредственно после отделения от пластины с соплами капли подвергают воздействию ламинарного воздушного потока, причем воздух подают в осадительную колонку при температуре  $T_g < T_1 < 160^{\circ}\text{C}$ , где  $T_g$  - температура стеклования используемого для формирования капель расплава форполимера или полимера.

2. Способ получения сферических частиц из расплава полимера, таких как гранулы из расплава полибутантерефталат, по которому расплавленный форполимер, или предварительный конденсат, или не вытягивающий нити полимер используют для формирования капель посредством разбрызгивающего сопла, после чего на капли воздействуют в осадительной колонке в противотоке газом для обеспечения, по меньшей мере, частичной кристаллизации и затем подают их в дополнительную секцию для повторной кристаллизации, отличающийся тем, что формирование капель осуществляют посредством приводимой в колебания пластины с соплами и/или возбуждения колебаний непосредственно расплавленного форполимера или полимера, и на образовавшиеся при этом капли воздействуют воздухом в противотоке таким образом, что непосредственно после отделения от пластины с соплами капли подвергают воздействию ламинарного воздушного потока, причем воздух подают в осадительную колонку при температуре  $T_g < T_1 < 130^{\circ}\text{C}$ , где  $T_g$  - температура стеклования используемого для формирования капель расплава форполимера или полимера.

3. Способ по пп.1, 2, отличающийся тем, что при подаче воздуха в осадительную колонку при температуре  $T_1$  воздух подогревают в результате теплопередачи от капель максимально до температуры  $T_2 \leq 110^{\circ}\text{C}$ .

4. Способ по пп.1-3, отличающийся тем, что воздух подают в осадительную колонку при температуре  $T_1 \leq 120^{\circ}\text{C}$ .

5. Способ по пп.1-3, отличающийся тем, что при получении гранул из полибутантерефталата воздух подают в осадительную колонку при температуре, обеспечивающей подогрев воздуха в результате теплопередачи от капель максимально до температуры  $T_2 \leq 140^{\circ}\text{C}$ .

6. Способ по пп.1, 2, отличающийся тем, что при получении форполимера или предварительного конденсата для повышения скорости поликонденсации добавляют катализатор на основе оксида титана.

7. Способ по пп.1-3, отличающийся тем, что воздух подают в осадительную колонку в ее нижней части, в частности, в ее донной части.

8. Способ по любому из пп.1-7, отличающийся тем, что капли обдувают в нижней части осадительной колонки с большей скоростью, чем в ее верхней части.

9. Способ по любому из пп.1-7, отличающийся тем, что в осадительную колонку подают воздух, имеющий температуру  $T_r$ , лежащую в пределах  $-10^{\circ}\text{C} \leq T_r \leq 40^{\circ}\text{C}$ , где  $T_r$  - температура точки росы.

10. Способ по любому из пп.1-9, отличающийся тем, что воздух направляют через первый, включающий в себя осадительную колонку контур, при этом отбирают частичное количество воздуха от первого контура и подают во второй контур, в котором удаляют реакционные вещества, такие как этиленгликоль или бутдиол, олигомеры и/или вода.

11. Способ по любому из пп.1-10, отличающийся тем, что вторым контуром является разбрызги-



вающий контур, в котором разбрызгивают этиленгликоль или бутандиол, причем выделенные конденсацией во втором контуре реакционные вещества подают в секцию этерификации или переэтерификации, расположенную перед пластиной с соплами.

12. Способ по любому из пп.1-11, отличающийся тем, что отобранный в первом и/или втором контуре воздух с содержащимися в нем неконденсируемыми во втором контуре продуктами реакции, такими как ацетальдегид или тетрагидрофоран, подают в теплопередающую установку.

13. Способ по любому из пп.1-12, отличающийся тем, что, по меньшей мере, частично кристаллизованные капли удаляют из осадительной колонки в ее донной части через наклонно установленную пластину, снабженную сквозными отверстиями, омываемыми сухим воздухом.

14. Способ по любому из пп.1-13, отличающийся тем, что, по меньшей мере, частично кристаллизованные в шарики капли транспортируют витающими и/или колеблющимися вдоль наклонно установленной пластины или, по меньшей мере, в зоне расположения сквозных отверстий этой пластины.

15. Способ по любому из пп.1-14, отличающийся тем, что, по меньшей мере, частично кристаллизованные в шарики капли классифицируют после их выхода из наклонно установленной пластины.

16. Способ по любому из пп.1-15, отличающийся тем, что, по меньшей мере, частично кристаллизованные в шарики капли с наклонно установленной пластины поступают в сепаратор для негабаритных частиц и разделенные в нем частицы подают в секцию предварительной конденсации для получения форполимера.

17. Способ по любому из пп.1-16, отличающийся тем, что после прохождения через сепаратор для негабаритных частиц частицы подают в секцию для предварительной кристаллизации, расположенную в омываемом сухим воздухом третьем контуре.

18. Способ по любому из пп.1-17, отличающийся тем, что частичное количество сухого воздуха подают из третьего контура с секцией кристаллизации во второй контур.

19. Установка для получения сферических частиц из полимера, содержащая по меньшей мере одно сопловое устройство (18) для формирования капель из расплавленного форполимера или полимера, расположенную за ним осадительную колонку (20), расположенную в газовом контуре (40) над по меньшей мере одним отверстием (22, 24) для впуска газа, расположенным со стороны днища, и по меньшей мере одним, расположенным со стороны соплового устройства, выпускным отверстием (27), установленное за осадительной колонкой транспортирующее устройство (30) для, по меньшей мере, предварительно кристаллизованных в осадительной колонке сферических частиц и расположенную за транспортирующим устройством секцию кристаллизации (38), отличающаяся тем, что сопловое устройство выполнено в виде пластины (18) с распределенными по поверхности соплами, причем осадительная колонка находится в подающем воздух контуре (14) и имеет поперечное сечение, которое по меньшей мере вдвое превышает указанную поверхность пластины, а также содержит вибродатчик.

20. Установка по п.19, отличающаяся тем, что сопла пластины (18) распределены по поверхности, которая, в частности, соответствует 1/4 или 1/3 поперечного сечения осадительной колонки (20).

21. Установка по любому из пп.1-20, отличающаяся тем, что сопла распределены по поверхности в форме круга с диаметром  $D_d$ , а осадительная колонка имеет круглое поперечное сечение диаметром  $D_f$ , причем  $1,5 D_d \leq D_f$ , в частности,  $2,0 D_d \leq D_f$ .

22. Установка по любому из пп.1-21, отличающаяся тем, что вибродатчик выполнен с возможностью приведения в колебания пластины (18) и/или жидкого форполимера или полимера.

23. Установка по любому из пп.1-22, отличающаяся тем, что диаметр поверхности пластины (18) с соплами относится к диаметру осадительной колонки (20), как 1:2-1:10, предпочтительно 1:5.

24. Установка по любому из пп.1-23, отличающаяся тем, что в осадительной колонке (20) в зоне ее отверстия (22, 24) для впуска воздуха расположено по меньшей мере одно устройство (26) для увеличения скорости подачи воздуха.

25. Установка по любому из пп.1-24, отличающаяся тем, что отверстие (27) для выпуска воздуха расположено на расстоянии от пластины (18), причем частицы, сформированные указанной пластиной (18) в виде капель, сразу после выхода из пластины (18) подвергают воздействию в основном ламинарного потока воздуха.

26. Установка по любому из пп.1-25, отличающаяся тем, что снабжена расположенным в донной части осадительной колонки (20) транспортирующим устройством, выполненным в виде наклонно установленной пластины (30) со сквозными отверстиями (28), например, в виде сита или перфорированного листа, через которые сухой воздух проходит таким образом, что частицы могут перемещаться вдоль плоскости (30) витающими и/или колеблющимися.

27. Установка по любому из пп.1-26, отличающаяся тем, что наклонно установленная пластина (30) расположена на расстоянии от днища (32) осадительной колонки (20), причем между днищем (32) и наклонно установленной пластиной (30) предусмотрено первое отверстие (24) для впуска воздуха, а над наклонно установленной пластиной второе отверстие (22) для впуска воздуха в воздушный контур (40).

28. Установка по любому из пп.1-27, отличающаяся тем, что за наклонно установленной пластиной (30) расположен сепаратор (34) для негабаритных частиц, за которым расположена секция кристаллизации (38), использующая сухой воздух.

29. Установка по любому из пп.1-28, отличающаяся тем, что сепаратор (34) снабжен трубопроводом для выделенных негабаритных частиц до секции (14) предварительной конденсации, расположенной перед сопловой пластиной (18).

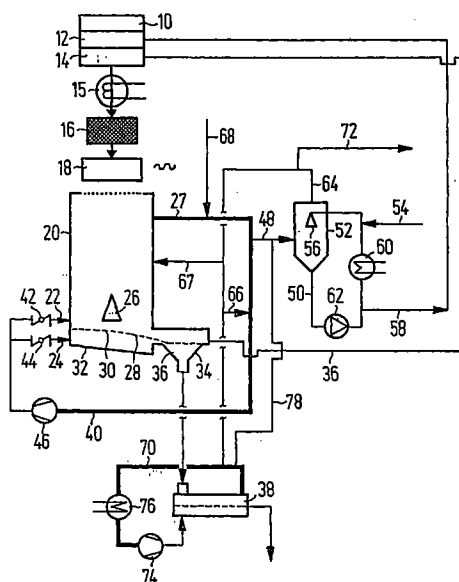
30. Установка по любому из пп.1-29, отличающаяся тем, что частичное количество воздуха может подаваться из содержащего осадительную колонку (20) первого воздушного контура (40) по трубопроводу (48) в секцию очистки, образующую второй контур (50).

31. Установка по любому из пп.1-30, отличающаяся тем, что секция очистки выполнена в виде разбрызгивающего контура, являющегося вторым контуром, который связан через трубопровод (58) с секцией этерификации (12), расположенной перед пластиной (18).

32. Установка по любому из пп.1-31, отличающаяся тем, что во втором контуре (50) подводится частичное количество воздуха с продуктами реакции в виде неконденсируемых субстанций в теплообменник (60) через трубопровод (72).

33. Установка по любому из пп.1-32, отличающаяся тем, что секция кристаллизации (38) расположена в третьем воздушном контуре (70) с проходящим в нем сухим воздухом, связанным со вторым контуром (50).

34. Установка по любому из пп.1-33, отличающаяся тем, что второй контур (50) соединен через трубопровод (64) с отверстием (22, 24) для впуска воздуха или соединен над отверстием для впуска воздуха, в частности, над устройством (26) непосредственно с осадительной колонкой (20).



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2/6